



R.W.

⑬ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENTAMT**

⑫ **Offenl gungsschrift**
⑩ **DE 196 02 584 A 1**

⑤① Int. Cl.⁶:
G 02 B 6/124
G 02 B 6/132
G 03 F 7/00
// G 01 J 3/18

⑳ Aktenzeichen: 196 02 584.2
㉔ Anmeldetag: 25. 1. 96
㉔③ Offenlegungstag: 31. 7. 97

DE 196 02 584 A 1

⑦① Anmelder:
Müller, Jörg, Prof. Dr.-Ing., 21244 Buchholz, DE;
Sander, Dietmar, Dipl.-Ing., 22301 Hamburg, DE

⑦② Erfinder:
gleich Anmelder

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
US 54 16 861
Applied Optics, Vol.23, No.17, 1984, S. 3004-3009;
Applied Optics, Vol.31, No.12, 1992, S. 2036-2040;

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Miniaturisiertes optisches Dünnschichtspektrometer und dessen Verfahren zur Herstellung

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein miniaturisiertes optisches Dünnschichtspektrometer, dessen optisch-meßtechnische Merkmale dadurch gekennzeichnet sind, daß es insbesondere für spektrometrische Messungen (z. B. Photometrie) im sichtbaren und ultravioletten Wellenlängenbereich geeignet ist. Die mit der Miniaturisierung allgemein verknüpfte geringere spektrale Auflösung ist hierbei an übliche photometrische Anforderungen bzw. an die spektrale Bandbreite herkömmlicher Interferenzfilter angepaßt. Dadurch ist das Spektrometer insbesondere für den Einsatz bzw. Einbau in Handmeßgeräten oder in handlichen Labormeßausrüstungen geeignet. Das miniaturisierte optische Dünnschichtspektrometer weist herstellungstechnisch die besonderen Merkmale auf, in monomodigen optischen Siliziumoxinitrid-Filmwellenleitern als nichtfokussierendes Phasentransmissionsgitter auf Siliziumscheiben (Substrate) realisiert zu werden. Dabei werden ausschließlich standardisierte Abscheide- und Strukturierungsverfahren aus der Mikroelektronik (Mikrosystemtechnik) verwendet, die teilweise einen Mehrscheibenprozeß ermöglichen. S wohl durch den Einsatz v n preiswerten Siliziumsubstraten als auch durch die Fertigung iner Vielzahl von Spektrom tern pr Substrat (je ein Fertigungszyklus bei einem Einscheibenprozeß) wird eine überaus k - stengünstig Massenfertigung gewährleistet.

DE 196 02 584 A 1

Die folgenden Angaben sind d n vom Anm lder eingeler ichten Unterlag n entnommen

BUNDESDRUCKEREI 06. 97 702 031/124

4/24

Die Erfindung betrifft die Konstruktion von miniaturisierten optischen Transmissionsgittern in vorzugsweise Siliziumoxinitrid-Dünnschicht-Wellenleiterstrukturen, die als Mikrospektrometer für spektroskopische Anwendungen eingesetzt werden und deren Verfahren zur Herstellung mit in der Dünnschichttechnologie üblichen Standardprozessen auf Siliziumsubstraten. Hierbei werden die periodisch angeordneten, beugenden Gitterzähne mit einer Gitterkonstanten $> 1 \mu\text{m}$ (Auflösung von Standardfotolithographieverfahren) nicht als für spektroskopische Anwendungen ungeeignete Wellenleiterlast ausgeführt, sondern das Wellenleitersystem selbst lateral-stufenförmig strukturiert. Insbesondere werden dabei durch die spezielle Konstruktion der in transmittierender Funktion ausgeführten Wellenleitergitter unter Maßgabe von effizienten spektralen Beugungseigenschaften die, die Fertigungsprozesse ursächlich bedingenden Strukturverrundungen der Gittergeometrie und die damit einhergehenden Beugungsintensitätsverluste weitestgehend vermieden (hohe Effizienz) und somit eine kostengünstige Gitterfabrikation auf die Grundlage einer industriellen Fertigung gestellt.

Miniaturisierte optische Gitter in Wellenleitern für Breitbandspektroskopie werden z.Z. als Reflektionsgitter in PMMA-, SiO_2 , B_2O_3 , TiO_2 - oder optischen Glas-Wellenleitern [1–4] ausgeführt oder aus einem reinen Glaskern UBK 7 angefertigt [5]. Grundlage des Gitterdesigns und der daraus resultierenden Gitterzahnkonstruktion (ggf. unter Berücksichtigung fokussierender Eigenschaften) ist die Wellenlänge, bei der vorzugsweise in der 1. Ordnung konstruktive Interferenz hoher Effizienz (gebeugte Intensität einer bevorzugten Ordnung dividiert durch die eingestrahlte Intensität je Wellenlängeneinheit) auftritt (Blazewellenlänge). Effiziente optische Reflektionsgitter, die für den für die Umweltanalytik wichtigen sichtbaren Wellenlängenbereich (300–700 nm) ausgelegt sind, weisen daher minimale Gittergeometrien von 100–300 nm bzw. Strukturverrundungsradien von $< 50 \text{ nm}$ auf. Diese dafür notwendige Strukturauflösung der Fertigung wird durch Interferenzmuster von UV-Lasern und einer damit verbundenen Fotolackbelichtung auf Glaskörpern erzielt [2, 5]. In [1] erfolgt die Herstellung direkt durch hochaufgelöste Belichtung der PMMA-Wellenleiter mit hochenergetischer und kollimierter Röntgenstrahlung eines Synchrotrons.

Miniaturisierte optische Transmissionsgitter in dielektrischen Wellenleitern werden z.Z. als Bragg-Gitter z. B. in DFB-Lasern, für optische Filter oder für fokussierende optische Elemente (chirped gratings) eingesetzt [6, 7]. Da sie einerseits wegen der notwendigen Realisierung kleiner Gitterkonstanten durch Interferenzbelichtung von Fotolack nicht mit einer kostengünstigen Standardfotolithographie hergestellt werden können, andererseits beim Einsatz letzteren das spektrale Dispersionsvermögen (größere Gitterkonstante) signifikant vermindert wird, stellen Bragg-Gitter keine Alternative als dispersive optische Elemente für breitbandige spektroskopische Anwendungen dar.

Der o.g. Erfindung liegt daher das Design von miniaturisierten integriert-optischen Transmissionsgittern in einem monomodigen Wellenleitersystem zugrunde, die bei einer Blazewellenlänge von ca. 500 nm (1. Beugungsordnung) und herstellungsbedingt signifikant größeren Strukturverrundungsradien breitbandige, hohe spektrale Effizienzen aufweisen. Der monolithisch-aufgebaute

optische Wellenleiterkern ermöglicht hierbei ein, durch die Herstellungsbedingungen vernachlässigbar limitiertes (Streulichtverhalten) hohes spektrales Auslöschungsvermögen.

Durch den Einsatz von vorzugsweise Siliziumoxinitridwellenleitern kann der effektive Brechungsindex der Wellenleiter präzise und variabel je nach Materialzusammensetzung eingestellt und dadurch feldangepaßte Wellenleiterkoppler (hoher Kopplungswirkungsgrad) realisiert werden (zwischen $n(\text{SiO}_2) = 1.46$, $n(\text{Si}_3\text{N}_4) = 2$ für $\lambda = 633 \text{ nm}$). Diese bilden die Grundlage von integriert optischen Transmissionsgittern, die durch einen lateral-strukturierten stufenförmig Brechungsindexübergang gekennzeichnet sind. Die konstruktive Interferenz ist hierbei durch die Phasenverschiebung um λ -vielfaches zweier benachbarter Strahlengänge durch unterschiedlich optisch dichtes Medium gegeben Abb. 1 [9]. Da grundsätzlich je nach vertikaler Feldanpassung jede ausbreitungsfähige Wellenleitermode zur Beugung beiträgt bzw. angeregt wird, ist mit dem Einsatz spezieller monomodiger Wellenleiter, die unterdrückende Anregungseigenschaften aufweisen, eine hohe spektrale Auflösung gewährleistet.

Im Fall eines effektiven Brechungsindexunterschiedes von 0.5, der sich durch den Übergang eines SiON -Wellenleiters ($n = 1.5$) in Luft ($n = 1$) bzw. eines Si_3N_4 - ($n = 2$) zu SiON -Wellenleiters ($n = 1.5$) ergibt, wird konstruktive Interferenz in der 1. Ordnung bei einer minimalen Strukturbreite von $a = 1 \mu\text{m}$ erzielt ($\lambda_{\text{Blaze}} = 500 \text{ nm}$). Gegenüber Reflektionsgittern gleichem Wellenleitersystems vergrößert sich damit die minimale Geometrie der Gitterfacette um einen Faktor von ca. 4. Somit werden trotz gleicher herstellungstechnologisch bedingter Gitterzahnverrundung signifikant höhere Beugungseffizienzen erzielt. Die Wahl von $b = 1 \mu\text{m}$ und der Gitterbreite von 5 mm erfolgt unter Maßgabe der spektralen Abbildungseigenschaften für integriert optische spektroskopische Anwendungen:

- geringer Flächenbedarf
- hohes spektrales Dispersionsvermögen und die damit verbundene hohe spektrale Auflösung
- Transmission nur einer signifikanten Beugungsordnung (Unterdrückung der 0. transmittierten und Reflektion und Ausblendung von höheren Ordnungen: Vermeidung von Blockungsfiltren, Reduktion von Streulicht)
- hohe spektrale Effizienz

Die dämpfungs- und insbesondere streulichtarmen, monomodigen Wellenleiter ermöglichen Extinktionsmessungen mit hoher Dynamik (ca. 1000 bei $\lambda = 525 \text{ nm}$, Weißlicht einer Halogenlampe) und bei gleichzeitig unterdrücktem mehrmodigen spektralen Beugungsüberlapp [10].

Mit dieser speziellen Konstruktion wird insbesondere den Randbedingungen einer kostengünstigen, reproduzierbaren Herstellung (Strukturverrundungseigenschaften der Gittergeometrietiefenübertragung mittels Dünnschichttechnologie) der lateralen Gitterzähne des Wellenleiterschichtsystems Rechnung getragen. Somit wird trotz einer für Reflektionsgitter unzureichenden Strukturübertragung bei Gitterzahnverrundung von ca. 300 nm eine spektrale breitbandig Effizienz bei optischen Dünnschichtspektrometern von ca. 50% erzielt.

Der Erfindung liegt daher zusätzlich das Verfahren zur Herstellung von integriert optischen Transmissionsgittern zugrunde, das, teilweise im Batchbetrieb, durch

wenige in der Halbleitertechnologie übliche Standardprozeßschritte kostengünstig realisiert ist. Als Ausgangsmaterial dienen handelsübliche Siliziumsubstrate beliebiger Dotierung, auf die durch nasse thermische Oxidation ein optisches Superstrat SiO_2 (Dicke: 3 μm) aufgebracht wird. Sowohl die lichtführende als auch die Abdeckschicht werden sukzessiv mit LPCVD-Prozessen bei 930°C abgeschieden. Diesbezüglich können je nach Volumenstromanteilen der zugeführten Prozeßgase aus vorzugsweise (SiCl_2H_2 , NH_3 , O_2) hochwertige optische Siliziumoxinitridschichten variablen Brechungsindex hergestellt werden, die sich durch überaus geringe Dämpfungseigenschaften auszeichnen und ein im Vergleich zu optischem Glas idealerweise identisches oder verbessertes Streulichtverhalten aufweisen (Filmdicke ca. 0,6 μm , Abdeckschichtdicke ca. 0,6 μm). Eine danach auf dem Filmwellenleiterpaket durch Kathodenzerstäuben abgeschiedene 100 nm dicke Metallschicht aus vorzugsweise Wolfram oder Molybdän vereint folgende Vorteile: Sie dient als widerstandsfähige (geringe Selektivität: Ätzrate der Maske dividiert durch Ätzrate des zu strukturierenden Materials) Metallmaske des SiON-Plasmaätzprozesses in einem vorzugsweise reinen CHF_3 -Plasma zur anisotropen lateralen Gitterstrukturierung. Letztere gewährleistet dadurch die senkrechte Übertragung der Oberflächenmetallmaske zur exakten Tiefenstrukturierung identischen Gittergeometrie. Darüberhinaus ist sie im reinen SF_6 -Plasma überaus leicht zu ätzen (hohe Selektivität) und kombiniert daher in hervorragender Weise die kritische Strukturübertragung einer nur 200–300 nm dicken Fotolackschicht mit einer, durch den Trockenätzprozeß gewährleisteten, vernachlässigbaren Unterätzung bzw. hohen Strukturübertragungsgenauigkeit. Die Wolfram- bzw. Molybdänschicht reflektiert des weiteren das UV-Licht des Belichtungsprozesses nach idealerweise 200–300 nm Weglänge durch den Fotolack (Kontaktlithographieverfahren), so daß der optische Weg um ein Vielfaches gegenüber einer Reflexion an der SiO_2 -Si-Grenzfläche reduziert ist. Diese vorteilhafte Prozeßtechnologie vermeidet daher weitestgehend die durch die Beugung an der Fotomaske grundsätzlich auftretende Fotolackbelichtung unter der Maske und die damit zusätzlich einhergehenden Strukturverrundungen.

Die hochschmelzende Wolfram bzw. Molybdänschicht wird darüberhinaus als Opferschicht nachfolgender mit LPCVD-Prozessen abgeschiedener optischer Filme eingesetzt. Somit lassen sich in den lateral tiefenstrukturierten Filmwellenleitern feldangepaßte SiON-Wellenleiterübergänge mit unterschiedlichem effektiven Brechungsindex in einfacher Weise durch "Lift-off"-Technologie realisieren. Diese Prozeßtechnologie kombiniert auf hervorragende Weise die für Transmissionsgitter notwendigen lateral strukturierten Brechungsindexsprünge mit klassischen optischen Abbildungssystemen (dielektrische Spiegel, Linsen), die, integriert in hochwertigen optischen Wellenleitern, Basis für optische Mikroanalysesysteme sind.

Die Abb. 1 zeigt den Aufbau eines optischen Transmissionsgitters in einem SiON-Wellenleitern-Luftübergang.

Abb. 2 zeigt ein mit einem externen Detektor kombiniertes Mikrospektrometer mit einem Wellenleiter-Wellenleiterübergang (Abbildungsoptik hier mit einer hyperbolischen Schichtlinse).

[1] Miniaturisiertes Spektrometersystem in LIGA-Technik, C. Müller, J. Mohr, Wissenschaftliche Berichte, FZKA 5609, Forschungszentrum Karlsruhe GmbH,

Forschung und Technik

[2] Flat-Field spectrograph in SiO_2 -Si, P. C. Clemens, R. März, A. Reihelt, H. W. Schneider, IEEE Photonics 1992, Technology Letters, Vol. 4, No. 8, p. 886

[3] Planar Rowland spectrometer for fiberoptic wavelength demultiplexing, H. W. Yen, H. R. Friedrich, R. J. Morrison, G. L. Tangonan, Vol. 6, No. 12, p. 639, J. Opt. Soc. Am. A, Dec. 1981

[4] Design and performance of a multiple element slab waveguide spectrograph for multimode fiber optic WDM systems, B. A. Capron, M. W. Beranek, R. W. Huggins, D. G. Koshinz, J. Lightwave Technology, Vol. 11, No. 12, p. 2009, Dec. 1993

[5] MMS Spektralsensoren Carl Zeiss Firmenbroschüre Nov. 1994, Geschäftsbereich Sondertechnik, 73446 Oberkochen

[6] Comparison of the experimental and theoretical diffraction characteristics of transmission gratings on planar dielectric waveguides, J. M. P. Delavaux, W. S. C. Chang, M. G. Moharam, Appl. Opt., Vol. 24, No. 2, Jan. 85

[7] Monolithic integrated microgratings and photodiodes for wavelength demultiplexing, T. Suhara, Y. Handa, H. Nishihara, J. Koyama, Appl. Phys. Lett., 40 (2), Jan. 82

[8] Chirped-grating demultiplexer in dielectric waveguides, A. C. Livanos, A. Katzir, A. Yariv, C. S. Hong, Appl. Phys. Lett., Vol. 30, No. 10, May 77

[9] Electromagnetic study of transmission gratings, M. Neviere, Appl. Opt. Vol. 30, No. 31, p. 4540, Nov. 1991

[10] Optical microspectrometer in SiON-slabwaveguides, D. Sander, M. O. Dücker, O. Blume J. Müller, Proc. Spie 2686, OE/LASE, 1996

Patentansprüche

1. Konstruktion eines integriert optischen nichtfokussierenden Transmissionsgitters hoher spektraler Effizienz und Auflösung in monomodigen Dünnschicht-Wellenleitersystemen aus vorzugsweise Siliziumoxinitrid auf Siliziumsubstraten für spektroskopische Anwendungen im sichtbaren Wellenlängenbereich (350–700 nm).

2. Konstruktion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Dünnschichtwellenleitersystem zur Erzeugung periodisch angeordneter stufenförmiger Gitterzähne mit einer Gesamtlänge > 0,5 mm lateral tiefenstrukturiert wird (Strukturierung des Wellenleiterkerns).

3. Konstruktion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der effektive Brechungsindexsprung von 0,35–0,65 durch einen aus vorzugsweise Siliziumoxinitrid (variabel einstellbarer effektiver Brechungsindex des Wellenleiters zwischen 1,46 und 2,0) ausgeführten Wellenleiter-Luft oder Wellenleiter-Wellenleiter-Übergang besteht.

4. Konstruktion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die konstruktive Interferenz in der 1. Beugungsordnung mit Blazewellenlängen 350 nm < λ_{Blaze} < 600 nm vorliegt.

5. Konstruktion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Gitterkonstante $d = 1\text{--}4\text{ }\mu\text{m}$ beträgt.

6. Konstruktion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als lichtführende Struktur zwischen einer Wellenlänge von 350 und 700 nm monomodige Siliziumoxinitridwellenleiter folgendem Schichtaufbau verwendet werden

— optisches Substrat: Dicke: 2,5–3,5 μm Bre-

chungsindex: $n = 1.46$

— optischer Film: Dicke: $0.5 - 0.8 \mu\text{m}$ Brechungsindex: $n = 1.48 - 1.5$

— optischer Film für Wellenleiter-Wellenleiter-Übergang: Dicke $0.5 - 0.8 \mu\text{m}$ Brechungsindex: $1.7 - 2.0$ 5

— Abdeckschicht: Dicke: $0.5 - 1 \mu\text{m}$ Brechungsindex: $n = 1.46 - 1.48$, für $\lambda = 500 \text{ nm}$.

7. Verfahren zur kostengünstigen Herstellung von integriert optischen Wellenleiter-Transmissionsgittern mit Verfahren der Dünnschichttechnologie bei denen 10

— auf Siliziumsubstraten ein vorzugsweise aus Siliziumoxinitrid bestehendes Wellenleitersystem aufgebracht wird 15

— anschließend eine Wolfram- oder Molybdänschicht abgeschieden wird

— letztere durch eine strukturierte Fotolackschicht trockenchemisch geätzt bzw. selbst strukturiert und anisotrop in das SiON-Wellenleitersystem übertragen wird 20

— optional eine siliziumnitridnahe SiON-Wellenleiterstruktur zur Erzeugung abbildender optischer Elemente abgeschieden wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Siliziumsubstrate in beliebiger Dotierung thermisch bei 1000°C , 1013 mbar naß oxidiert werden. 25

9. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die lichtführende und die Abdeckungsschicht durch einen LPCVD-Prozeß abgeschieden werden. 30

10. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß als LPCVD-Prozeßgase vorzugsweise SiCl_2H_2 , NH_3 und O_2 in unterschiedlichen Volumenstromanteilen bei $900 - 1000^\circ\text{C}$ und einem Prozeßdruck von $5 - 40 \text{ mbar}$ verwendet werden. 35

11. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß eine Metallschicht aus vorzugsweise Wolfram oder Molybdän durch Kathodenzerstäuben in einer Dicke von $50 - 300 \text{ nm}$ auf das Wellenleitersystem aufgebracht wird. 40

12. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Fotolithographie im Vakuumkontaktverfahren mit $150 - 600 \text{ nm}$ dickem Standardfotolack und elektronenstrahlgeschriebenen Originalfotomasken durchgeführt wird. 45

13. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Wolfram- oder Molybdänschicht in einem Trockenätzprozeß aus vorzugsweise einem SF_6 -Plasma strukturiert wird, der restliche Fotolack mit einem O_2 -Plasma entfernt wird. 50

14. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das SiON-Wellenleitersystem mit einem überaus anisotropen CHF_3 -Plasma zur Herstellung des Transmissionsgitters lateral stufenförmig mit einer Tiefe von 0.5 bis $2.5 \mu\text{m}$ strukturiert wird. 55

15. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß optional eine weitere SiON-Schicht auf der Wolfram- oder Molybdänschicht (-maske) und der herausgeätzten Struktur mittels eines LPCVD-Prozesses (o.g. Parameter) abgeschieden wird. 60

16. Verfahren nach Anspruch 7 und 15, dadurch gekennzeichnet, daß die auf der Wolfram- oder Molybdänschicht abgeschiedene Schicht durch naßchemisches Unterätzen ("lift-off") zur Erzeu- 65

gung abbildender optischer Elemente entfernt wird.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

Abb. 1 optisches Wellenleiter-Transmissionsgitter

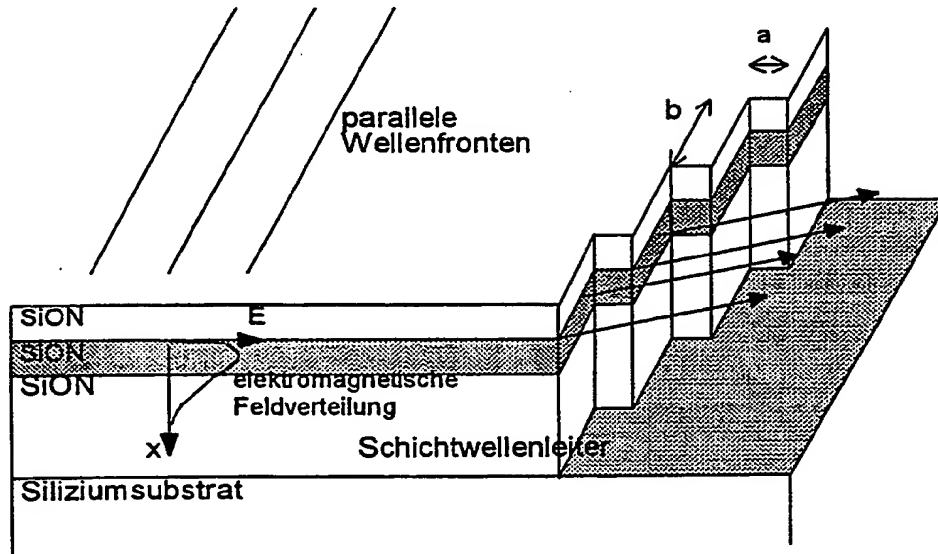


Abb. 2 integriertes Mikrospektrometer mit externer Detektoreinheit

